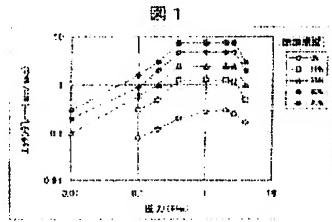


**METHOD FOR PRODUCING MAGNETIC DISK**

Publication number: JP2001331933 (A)  
Publication date: 2001-11-30  
Inventor(s): TAKEO NORIYUKI; WATANABE MASAHIRO; YAKU YOTSUO +  
Applicant(s): HITACHI LTD +  
Classification:  
- international: C23C14/02; G11B5/84; (IPC1-7): C23C14/02; G11B5/84  
- European:  
Application number: JP20000152734 20000519  
Priority number(s): JP20000152734 20000519

Abstract of JP 2001331933 (A)

PROBLEM TO BE SOLVED: To suppress the peeling of a film in a magnetic disk device using a glass substrate. SOLUTION: A glass substrate is irradiated with plasma in an electron beam excitation type plasma device and contaminants on the glass substrate are removed using a gaseous argon-oxygen mixture under 0.4-2.7 Pa pressure of gas in plasma discharge.



Data supplied from the **espacenet** database — Worldwide

**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

[Claim 1]A manufacturing method of a magnetic recording medium which forms a thin film magnetic recording medium in a glass substrate continuously after plasma irradiation according a pressure of argon oxygen mixed gas to an electron-beam-excitation type plasma device at the range of 0.4 to 2.7 Pa.

[Claim 2]A manufacturing method of the magnetic recording medium according to claim 1 with which the aforementioned argon oxygen mixed gas is characterized by an oxygen density being 10 to 70 volume percent.

[Claim 3]A manufacturing method of the magnetic recording medium according to any one of claims 1 to 2 which the aforementioned thin film magnetic recording medium carries out continuation membrane formation of a precoat film, a ground film, a magnetic film, and the protective film at a glass substrate, and is characterized by things.

[Claim 4]A glass substrate cleaning method which carries out plasma irradiation according a pressure of argon oxygen mixed gas to an electron-beam-excitation type plasma device at the range of 0.4 to 2.7 Pa to a glass substrate.

[Claim 5]The glass substrate cleaning method according to claim 4, wherein an oxygen density of the aforementioned argon oxygen mixed gas is 10 to 70 volume percent.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

**DETAILED DESCRIPTION**

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]In the thin film magnetic disk using a workstation, the magnetic recording medium used for the magnetic disk drive used as an external storage of a personal computer, especially a glass substrate, this invention relates to the manufacturing method which reduces the defect of a substrate reason.

[0002]It is widely related with the surface cleaning-ized method of the glass substrate for laminated thin films.

[0003]

[Description of the Prior Art]Now, the magnetic disk (it is hereafter considered as a "disk") which used the thin film magnetic recording medium, i.e., a lamination magnetic thin film, is widely used as a recording medium of a magnetic disk drive. a general structure of the disk is \*\* which provided the lamination magnetic thin film, for example, a precoat film, the ground film, the magnetic film, and the protective film on the nonmagnetic substrate, and made lubricating film adhere on it.

[0004]In the improved efficiency of a magnetic disk drive, since a lot of information is saved more at stability, high-recording-density-izing and high-reliability-ization are an important problem. In order to attain high recording density-ization, it has high coercive force, and improvement in the recording characteristic of the magnetic head (it is hereafter considered as a "head".) which can respond to this is aimed at using the disk which consists of a magnetic film of a low noise, and the method of making the space between a disk and a head small is adopted further.

[0005]By making the space of a disk and a head small, a possibility that a disk and a head will contact becomes high. Therefore, when contamination like a particle foreign matter or an organic thin film exists on a substrate, it falls because of contamination of the adhesion power of a precoat film and a substrate laminated on it, and a possibility of exfoliating in the interface of a precoat film and a substrate by contact of a head and a disk surface increases.

[0006]Therefore, in order to secure the high-reliability of a disk in accordance with high-recording-density-izing, raising the adhesion of a precoat film and a substrate needs to remove a hindrance factor like a particle foreign matter or an organic thin film from on a substrate importantly therefore.

[0007]Now, although the mainstream of the construction material of a substrate plates a nickel phosphorus to aluminum, the disk which uses the glass substrate which strengthened the surface as high recording density-ized correspondence is also increasing.

[0008]The common sectional view of a disk which manufactured using the glass substrate which carried out surface strengthening treatment is shown in drawing 2. The disk usually indicated only one side to this figure, although the cascade screen is arranged centering on the glass substrate 1.

[0009]The manufacturing process of this disk is as follows. First, the precoat film 2 of a cobalt-chromium alloy, the ground film 3 of a chromium alloy, the magnetic film 4, and the protective film 5 are formed to the washed glass substrate 1 by a sputtering method, lubricant is applied to

it, and the lubricating film 6 is formed.

[0010]Thus, after a disk is manufactured, the disk which passed the head flying height of a disk and an error number inspection (henceforth "the final inspection within a process") is built into a magnetic disk drive.

[0011]One of the magnetic disk drive inspections conducted after disk inclusion has a random seeking examination. This examination carries out random seeking of a head for a long time, after it rotated the disk and the head has surfaced, and it inspects the existence of lead write-error generating. When this inspection is conducted for about 100 hours, the defect that the error part which was not able to be detected by the final inspection within a process of the disk is detected may occur.

[0012]When this defect observed the error part about the disk by which it was generated, what the lamination magnetic thin film carried out total-layers lack, and the substrate has exposed, and a film were as \*\*\*\*\*\*, but that in which the film has blistered as a whole was checked. A glass substrate will be exposed if this portion that has blistered is ground against a needle tip. From this, having generated film peeling in the interface of a glass substrate and a precoat film was checked.

[0013]The size of this film peeling is as small as diameter phi5-50micrometer, and there is a trace that the head slid in that film peeling part. The generating is the frequency of about one place in a disc face, and does not reach the whole disc face. Therefore, this film peeling is not an adhesion defect in the whole field, and there is a local adhesion defective part (it is hereafter considered as "a late-coming film peeling part"), and it generates in what the head slid on that portion.

[0014]The result observed and analyzed is described below about this late-coming film peeling part. In this case, the film before sliding is the example in which the lamination magnetic thin film was carrying out total-layers survival. A substrate uses the Nippon Sheet Glass Gee Dee, Inc. soda lime system glass substrate (form H1). Film constitution and thickness are laminated from the glass substrate side in order of 22 nm of precoat films (CoCrZr alloy), 25 nm of ground films (CrTi alloy), 19 nm of magnetic films (CoCrPt alloy), and 12 nm of carbon protective films.

[0015]The Auger spectroscopy analysis (it is hereafter considered as "Auger") performed evaluation of the late-coming film peeling part by making into a sample what changed into the state where dry etching is applied with argon (Ar) and a precoat film remains to have remained slightly the portion to which the film has swollen up, without separating. Since this sample remained from the precoat film thoroughly even to the carbon protection film, there is no contamination from the head to the interface which separated, etc., and analysis of the substance used as a cause can be performed by using Auger in whom the elemental microanalysis of a pole surface about several nanometers deep is still more possible.

[0016]The measurement result by Auger is shown in drawing 3. DKI-670 by ULVAC phi incorporated company was used for Auger equipment. It turned out that many F (fluoride) and C (carbon) are seen compared with a portion without film peeling as for the portion into which the film separated, and the organic matter of a fluorine system exists.

[0017]From this observation and analysis, such a generating mechanism of late-coming film peeling is presumed as follows. The organic matter of the fluorine system of ultralow volume adheres to a glass substrate, on it, a precoat film is formed and an adhesion defect part is formed. Since the thickness of the organic matter at that time was not able to be detected by the final inspection within a process of the disk, it is presumed to be 15 nm or less. Then, it becomes late-coming film peeling by [ with a long head ] carrying out time sliding about an adhesion defect part with a magnetic disk drive.

[0018]Since late-coming film \*\*\*\*\* occurred in the interface of a precoat film and a glass substrate, it can conclude that it has generated the generation factor within the manufacturing process to membrane formation. An example of the manufacturing method of a disk is shown in drawing 4. A glass substrate goes into an evacuation room (henceforth a "load chamber") after washing and desiccation, after evacuation, enters after membrane formation on a glass substrate continuously at an atmospheric open chamber (henceforth an "unloading chamber") in order of a precoat film, a ground film, a magnetic film, and a protective film, and is conveyed after air

release to a next step.

[0019]A load chamber repeats air release and evacuation and continues production. The nitrogen gas which removed particles is introduced in the case of this atmosphere release. When this load chamber was investigated, the oil of the fluorine system became oil mist together with nitrogen gas, danced near the conveyor conveyed to a load chamber and a load chamber, and was presumed that this oil mist adheres to a glass substrate (henceforth "surface organic contamination"). This fluorine system oil is made indispensable as lubricant of a film deposition system operation part.

[0020]Usually, in the case of membrane formation by a sputtering method, by heating a substrate in the vacuum in front of precoat film membrane formation, surface organic contamination is removed and the method of preventing adhesion reduction of a substrate and a precoat film is taken. However, since the alkaline metal of a glass component will move to the surface and the surface concentration of an alkaline metal will become high if a substrate is heated when the construction material of a substrate is glass, It is reported to J.Vac.Sci.Technol.A, volume [ 4th ] No. 3, and 532–535 pages (May/June, 1986 5 / June issue) that the adhesion of a precoat film and a substrate falls. Surface organic contamination removal of the glass substrate according to heating within vacuum devices by this Reason was difficult.

[0021]The technique of dry etching is in the method of removing such surface organic contamination efficiently in the vacuum in front of membrane formation by a sputtering. Generating plasma, pulling out ion in an operation of electric field from this plasma, making a sample irradiate with this ion, and removing the surface organic contamination of a specimen surface with DC discharge, RF discharge, ECR discharge, an electron beam, etc., as a technique of dry etching, is generally known. As the control method of making a sample irradiating with this ion, the method of applying bias to a sample is common.

[0022]However, since glass was nonconducting, it was difficult to control the amount of ion irradiation by bias. In RF discharge, the controllability of plasma density was bad. Also in such nonconducting glass, the electron-beam-excitation type plasma device (hereafter referred to as "EBEP".) of the description is proposed by JP,S61–290629,A and JP,S63–190229,A as a method with the controllable amount of ion irradiation, for example.

[0023]This method controls the potential difference of the ion sheath formed in plasma and a sample boundary, and is enabling control of the amount of ion irradiation also in nonconducting glass from this. Since plasma is formed cylindrical as a feature of the plasma of EBEP currently introduced by above-mentioned JP,S61–290629,A, the density of plasma is high and density distribution is in a radial direction as the central part. This has trouble in controlling dry etching.

[0024]As a method of solving this problem, it is a vacuum, for example. The method of enlarging the 36th volume area of the electrode porous part of No. 3 and a 62–64 pages (1993 issue) description and the method of using the magnetic shutter of a description for JP,H6–28991,A are proposed.

[0025]However, when equipment's becoming large and loading to mass production equipment becoming difficult, if area of an electrode porous part is enlarged, and a magnetic shutter were used, there was a problem of contamination, such as sputtering from the portion, being expected.

[0026]Production of the disk in a film deposition system is performed in the cycle of 10 or less seconds also including conveyance between chambers for productivity reservation, and shortening of this time is desired further. The time which can actually be used for a process among this time is 5 or less seconds. The pressure fluctuation about  $10^{-4}$ Pa is repeated from 1 Pa by pumping of the gas used for a process within a time [ this ]. There is also a problem that it must process in the large place of such pressure variation for a short time in surface organic contamination removal of a disc substrate.

[0027]As for EBEP, it is a vacuum to decrease in the gas pressure beyond it, although plasma density increases in monotone with pressure build-up in the pressure of 0.026–1.33–Pa oxygen and argon. It is reported to volume [ 36th ] No. 3 and 62–64 pages (1993 issue). Generally plasma density and an etching rate have correlation, and the above-mentioned report has suggested

also changing the etching rate which used this plasma with change of gas pressure.

[0028]However, for the quality reservation of a disk which produces pumping in the vacuum devices which carry out repeated use in an instant like production of a disk, and improvement, even if it changes gas pressure, establishing a process with little change of the etching rate by dry etching poses an important problem.

[0029]

[Problem to be solved by the invention]This invention the organic pollutant on the glass substrate which poses a problem in manufacture of the thin film magnetic disk which used the glass substrate, The disk manufacturing method efficiently removed in a short-time cycle is aimed at offer \*\*\*\*\*, without introducing a measure including subordinate problems, such as installation of a magnetic shutter, and area expansion of an electrode porous part, in a film deposition system.

[0030]

[Means for solving problem]For the above-mentioned purpose achievement, this invention investigated the cause of the surface organic pollutant by which it is generated within a film deposition system in disk production, and found out the method removable under a clean atmosphere for the pollutant concerned effectively based on the result.

[0031]namely, the mixed gas material in which the etching rate to an organic pollutant brings about a fixed effect even if it changes gas pressure, using EBEP as an elimination means by dry etching and its presentation -- further, gas pressure conditions etc. were clarified and this was applied.

[0032]The etching rate was stabilized by making the gas pressure into the range of 0.4 to 2.7 Pa, using argon oxygen mixed gas as etching gas in EBEP. By furthermore controlling the oxygen density of argon oxygen mixed gas to 10 to 70 volume percent, it could remove by having been stabilized for a short time, and the place which can acquire an exceptional effect was found out.

[0033]

[Mode for carrying out the invention]The processing amount of the dry etching by <Embodiment> 1 EBEP and the distribution within a field were evaluated. As EBEP, the Nichimen Corporation make (form: EBEP TypeII) was used. The outline of EBEP and vacuum devices is shown in drawing 5. Made in Kazu Shinmyo, Inc. (form :VVC130S it is hereafter considered as "experimental-model vacuum devices".) was used as vacuum devices. In order to ensure the check of organic matter removal as a sample for processing amount evaluation of dry etching, the carbon protection film on a disk was used. Composition uses the Nippon Sheet Glass Gee Dee, Inc. soda lime system glass substrate (form H1) for a 65-mm board, Film constitution and thickness From the glass substrate side to 22 nm of precoat films (CoCrZr alloy). After making 25 nm of ground films (CrTi alloy), and 19 nm of magnetic films (CoCrPt alloy) laminate, 26 nm of carbon protection films which evaluate a processing amount as the top layer were laminated (let this sample be an "etching sample" hereafter.).

[0034]Processing amount evaluation of the carbon protection film was performed by the ellipsometer by a photograph device company (form: MARY102). The measure point was made into a position 21 mm in radius. The voltage of the acceleration power source 17 set the current of 50V and a cathode power source to 5A.

[0035]One of the factors which affects etching quantity has an exhaust characteristic of vacuum devices. In order to investigate this influence, by gas mass flow regularity, make the ratio of valve opening of the conductance adjustment gate 18 change it, and After adjusting the pressure of the process chamber 12, It is \*\*\*\*\* about investigation about the case where fixed the ratio of valve opening of the conductance adjustment gate 18, changed gas volume, and etching processing of the carbon protection film is carried out by discharge after adjusting the pressure of the process chamber 12 when etching processing of the carbon protection film is carried out by discharge.

[0036]The chamber internal pressure at the time of changing the ratio of valve opening of the conductance adjustment gate 18 under gas mass flow regularity ( $15 \text{ cm}^3$  (Normal) / min) and the relation of the etching rate of a carbon protection film are shown in drawing 1. Oxygen and argon

(Ar) mixed gas were used as process gas. The volume ratio of oxygen of the gas is 0 to 70 volume percent.

[0037]in this case, in 70 volume percent, a pressure increases the etching rate of a carbon protection film from the oxygen density 10 to 0.4 Pa in monotone, and it is not dependent on a pressure in 0.4 to 2.7 Pa, and it is about 1 law and decreases by the pressure beyond it.

[0038]The ratio of valve opening of the conductance adjustment gate 18 is fixed to drawing 6, and the chamber internal pressure at the time of changing a gas mass flow (0–100 cm<sup>3</sup> (Normal) / min) and the relation of the etching rate of a carbon protection film are shown. Oxygen and argon (Ar) mixed gas were used as process gas. The volume ratio of oxygen of the gas is 0 to 70 volume percent.

[0039]Also in this case, a pressure increases the etching rate of a carbon protection film from the oxygen density 10 to 0.4 Pa in monotone like the result of drawing 1 in 70 volume percent, and in 0.4 to 2.7 Pa, it is almost fixed, is not dependent on a pressure, and decreases by the pressure beyond it.

[0040]It is shown that a pressure does not almost have influence of exhaust air conductance in the 0.4 to 2.7-Pa range, the result of drawing 1 and drawing 6 does not have it, and the etching rate of a carbon protection film is almost constant.

[0041]Subsequently, etching-rate distribution of the carbon protection film in the pressure (1.0 Pa), the pressure (0.1 Pa) lower than this, and the high pressure (4.0 Pa) within the limits of this was measured. The time base range measured 30 mm in a 3-mm pitch from the radius 15. This was repeated every 90 degrees. The oxygen density was made into 70 volume percent, the current value 5A of the cathode power source 16, and the pressure value 50V of the acceleration power source 17.

[0042]The result of having compared the relative value when the with the angular position of 0 degree and a radius position of 21 mm etching rate was set to 1 for comparison of the etching rate in each pressure of 0.1 Pa, 1.0 Pa, and 4.0 Pa at drawing 8 is shown in drawing 7.

[0043]In 0.1 Pa, the etching rate was about 1.5nm/second, was about 7.5nm/second in 1.0 Pa, and was about 3.0nm/second in 4.0 Pa.

[0044]In 1.0 Pa, it was about -2 to +2%, and the distribution within a field of the etching rate was about -6 to +3% of distribution in 4.0 Pa, although distribution of the etching rate of \*\* arose from -25% about +30% in the field in 0.1 Pa compared with the angular position of 0 degree, and 21 mm in radius.

[0045]these results have a large etching rate, when mixed gas pressure power is 1.0 Pa -- and a field -- internal division -- it is shown that cloth is stable.

[0046]Even when <Embodiment 2> vacuum sputter device is large-scale-sized, in order to investigate whether the stability of the etching-rate distribution acquired in Embodiment 1 reappears, the etching-rate distribution in the vacuum sputter device used for the mass production of a disk was evaluated.

[0047]EBEP Type II was used as a plasma device. The product (form :250B the following, "mass production machine vacuum devices") made by intevac was used as a vacuum sputter device. Process conditions are a degree of vacuum of 1.0 Pa (oxygen density 70 volume percent, argon concentration 30 volume percent) under discharge, and vacuum abbreviation 10<sup>-4</sup>Pa under conveyance (carrying time 2.2 seconds), and were made into the voltage 50V of the cathode power source 16, and the voltage 5A of the acceleration power source 17 for charging-time-value 2 seconds. A process is repeatedly carried out in a 9.0-second cycle.

[0048]The schematic view of mass production vacuum devices is shown in drawing 9. EBEP was carried in the 1st station 20 of 12 stations, and membrane formation by a sputtering was not performed at other stations. The etching sample was supplied here and distribution of the etching rate was evaluated.

[0049]A relative value when an etching rate with a 0 degree of angular-positions radius position of 21 mm is set to 1 for an etching rate at drawing 11 is shown in drawing 10. the time of carrying EBEP in experimental-model vacuum devices, even when these results carry EBEP in mass production machine vacuum devices, an etching rate good almost similarly, and the stable

field -- internal division -- it is shown that cloth was obtained.

[0050]Detection evaluated whether the organic matter of the fluorine system about [ difficult ] glass substrate top 15-nm thickness would be removable at EBEP by the <Embodiment 3> disk final-inspection process. As a plasma device, EBEP TYPE II was used and experimental-model vacuum devices were used as vacuum devices.

[0051]The oil of the fluorine system used Z-DOL (made by an AUJI monde company). This oil is a fluorine system compound similar to the fluorine oil used as lubricant of the film deposition system flexible region which identified previously as cause goods of the organic contamination of a disk.

[0052]This fluorine system oil was applied on the carbon protection film of a disk, and that thickness was adjusted to 15 nm. Measurement of the thickness of this fluorine system oil used FT-IR by NYURIINSUTSURU face incorporated company (form: 60Mi). The spectrum position of two points of  $1380\text{ cm}^{-1}$  was connected to 880 in a straight line, the analytical curve was prepared from extinction intensity by having made this into the background, and the amount of removal was evaluated from the thickness of the fluorine system oil before and behind processing.

[0053]The conditions of an EBEP process when evaluation sample production is performed are a degree of vacuum of 1 Pa of the process chamber 12 under discharge, and charging-time-value 2 seconds in the process chamber 12. Adjustment of gas concentration was performed to argon gas by adding oxygen gas.

[0054]The current value of the cathode power source 16 when changing an oxygen density, and the residue of fluorine system oil are shown in drawing 12. The pressure value of the acceleration power source 17 was set to 50V. This result is more than current value 2A of the cathode power source 16 in every oxygen density, and it is shown that removal of 15-nm-thick fluorine system oil is possible.

[0055]The accelerating voltage value of the acceleration power source 17 when changing an oxygen density, and the amount of removal of fluorine system oil are shown in drawing 13. The current value of the cathode power source 16 was set to 5A. This result is more than [ of the acceleration power source 17 ] pressure value 20V in every oxygen density, and it is shown that removal of 15-nm-thick fluorine system oil is possible.

[0056]As for these results, this invention shows that it is very effective also as a cleaning method of a glass substrate.

[0057]EBEP was carried in <Embodiment 4> mass production machine vacuum devices, and the difference in occurrence frequency with late-coming film peeling poor about the disk which manufactured by performing EBEP process treatment to a glass substrate, and the disk manufactured without performing this process treatment was investigated.

[0058]When an EBEP process was performed, first, EBEP was carried in the 1st station 20 of mass production vacuum devices, and the film deposition system was carried in other stations. The film constitution and each thickness in that case were taken as 22 nm of precoat films (CoCrZr alloy), 25 nm of ground films (CrTi alloy), 19 nm of magnetic films (CoCrPt alloy), and 12 nm of carbon protection films on the Nippon Sheet Glass Gee Dee, Inc. soda lime system glass substrate (form H1). The process conditions of EBEP are a degree of vacuum of 1 Pa (oxygen density 70 volume percent, argon concentration 30 volume percent) under discharge, and

vacuum abbreviation  $10^{-4}\text{Pa}$  under conveyance (carrying time 2.2 seconds). A process cycle is 9.0 seconds for charging-time-value 2 seconds on the voltage 50V of the cathode power source 16, and the voltage 5A of the acceleration power source 17. It built each into 10000 magnetic disk drives (the number of disks is three sheets/set) the disk created on this condition, and seeking was performed for the head at random for 100 hours. The random seeking examination with the same said of the disk manufactured without performing an EBEP process was done.

[0059]the late-coming film peeling of the disk unit incorporating the disk which performed the EBEP process by the above-mentioned examination, and the disk unit incorporating the disk which was not performed is poor -- generating comparison was carried out. When EBEP was not performed, this defect was generated in 97 10,000 Taizhoug, but when EBEP was performed, a

result of generating was brought in six 10,000 Taizhoug. It was shown that this result can reduce substantially a late-coming film peeling poor incidence rate by introducing an EBEP process. [0060]By the above, this invention the organic pollutant of the thin film magnetic recording medium which used the glass substrate, i.e., the shape of a glass substrate which pose a problem in manufacture of the thin film magnetic disk using a glass substrate, without being accompanied by a subordinate problem, It is shown that it is very effective as a disk manufacturing method efficiently removed in a short-time cycle.

[0061]

[Effect of the Invention]As stated above, this invention is effective in reducing the late-coming poor film peeling generated with a magnetic disk drive not less than 90% by introducing the above-mentioned EBEP process into a disk manufacturing process.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

**DESCRIPTION OF DRAWINGS**

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]It is a figure showing the process chamber pressure in gas volume regularity, and the relation of a carbon protection film etching rate.

[Drawing 2]It is a magnetic-disk sectional view.

[Drawing 3]The Auger audit observation of a late-coming film peeling part and a normal section is shown.

[Drawing 4]It is a process flow from washing of a magnetic disk to membrane formation.

[Drawing 5]It is EBEP system schematic.

[Drawing 6]The process chamber pressure in flueing conductance regularity and the relation of a carbon protection film etching rate are shown.

[Drawing 7]The relation between the radius position in 0.1 and 1.0 or 4.0 Pa and an etching rate is shown.

[Drawing 8]The relation between 0.1, and the radius position in 1.0 or 4.0 Pa and etching-rate distribution is shown.

[Drawing 9]It is a mass production machine vacuum-devices schematic view.

[Drawing 10]The relation between the radius position in mass production machine vacuum devices and an etching rate is shown.

[Drawing 11]The relation between the radius position in mass production machine vacuum devices and etching-rate distribution is shown.

[Drawing 12]The relation between a cathode current value and a fluorine system oil residue is shown.

[Drawing 13]The relation between an accelerating voltage value and a fluorine system oil residue is shown.

[Explanations of letters or numerals]

1 A glass substrate and 2 [ Protective film, ] A precoat film and 3 A ground film and 4 A magnetic film and 5 6 Lubricating film, the anode for 7 plasma production, and 8 The argon gas \*\* SU entrance for source plasma, 9 S1 electrode, ten S2 electrode, 11 A electrode, and 12 Process chamber, 13 A process gas feed port and 14 [ A conductance adjustment gate, 19 load chambers, and 20 / The 1st station and 21 / The main part of mass production vacuum devices, 22 unloading chambers. ] A disk and 15 A vacuum exhaust port, 16 cathode power sources, and 17 An acceleration power source and 18

[Translation done.]

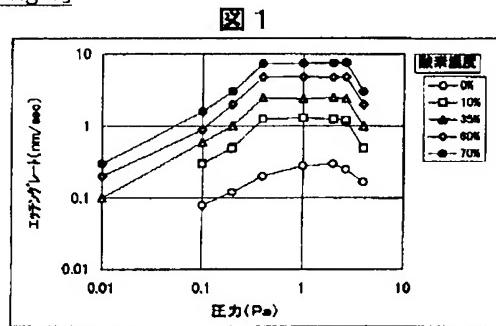
## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

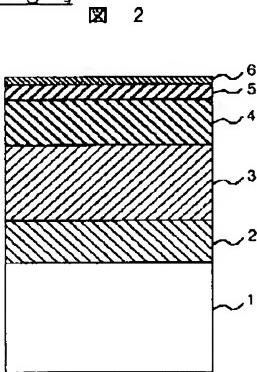
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

[Drawing 1]



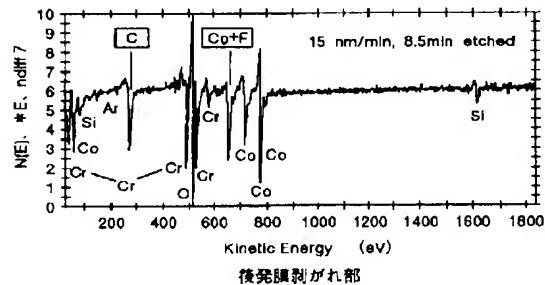
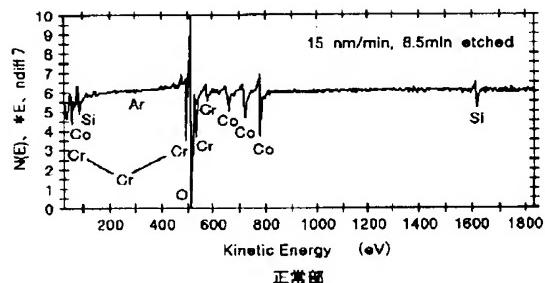
[Drawing 2]



1…ガラス基板 2…プリコート膜 3…下地膜  
4…磁性膜 5…保護膜 6…潤滑膜

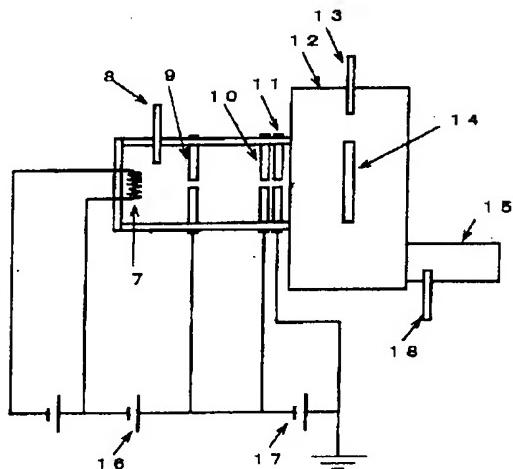
[Drawing 3]

図 3



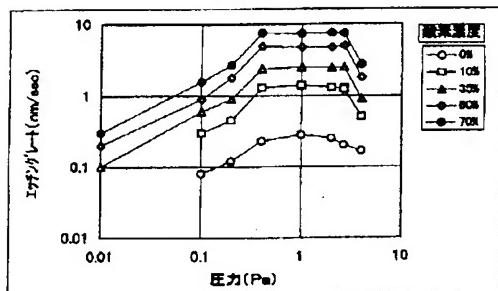
[Drawing 5]

図 5



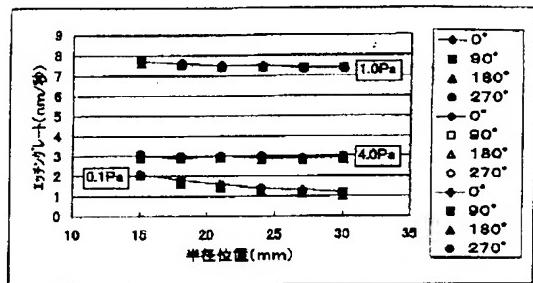
[Drawing 6]

図 6



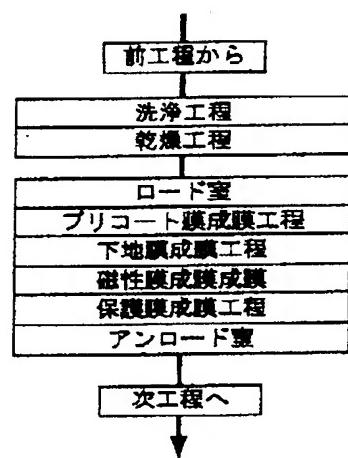
[Drawing 7]

図 7



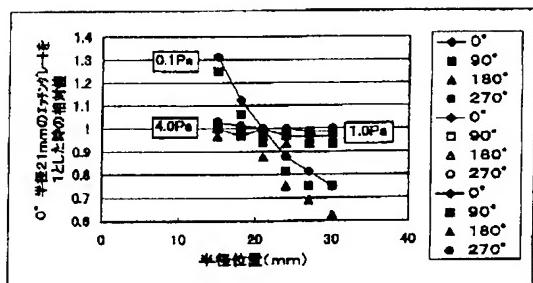
[Drawing 4]

図 4



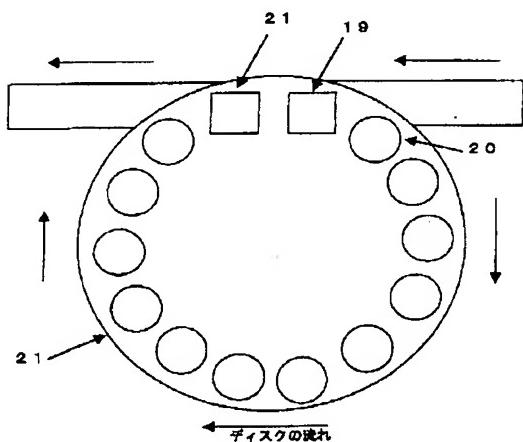
[Drawing 8]

図 8



[Drawing 9]

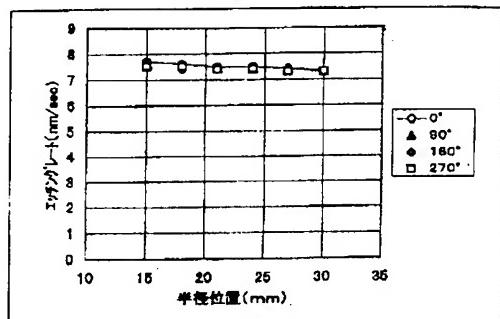
図 9



10 ロード室  
20 第1ステーション  
21 量産真空吸盤本体  
22 アンロード室

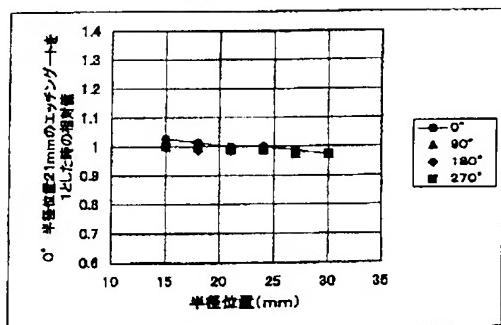
[Drawing 10]

図 10



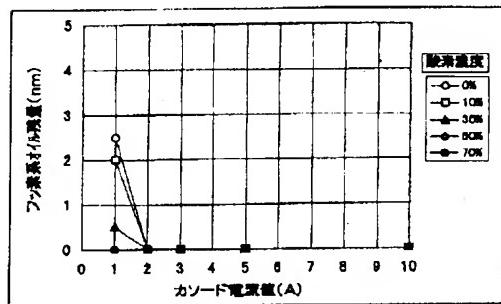
[Drawing 11]

図 1 1



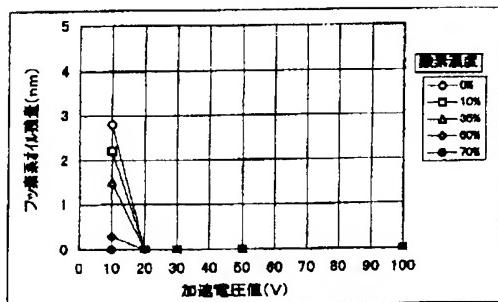
[Drawing 12]

図 1 2



[Drawing 13]

図 1 3



[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-331933

(P2001-331933A)

(43)公開日 平成13年11月30日 (2001.11.30)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

G 11 B 5/84  
C 23 C 14/02

識別記号

F I

C 11 B 5/84  
C 23 C 14/02

テ-マコ-ト(参考)

Z 4 K 0 2 9  
Z 5 D 1 1 2

審査請求 未請求 請求項の数 5 O.L (全 10 頁)

(21)出願番号

特願2000-152734(P2000-152734)

(22)出願日

平成12年5月19日 (2000.5.19)

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 武尾 典幸

神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会

社日立製作所ストレージシステム事業部内

(72)発明者 渡辺 正博

神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会

社日立製作所ストレージシステム事業部内

(74)代理人 100068504

弁理士 小川 勝男 (外2名)

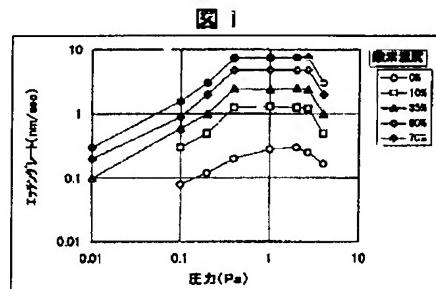
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁気ディスクの製造方法

(57)【要約】

【課題】ガラス基板を用いた磁気ディスク装置で発生する、膜剥がれ不良を低減する。

【解決手段】電子ビーム励起型プラズマ装置でガラス基板へプラズマを照射し、プラズマ放電中のガスの圧力を0.4から2.7Paの範囲でアルゴン酸素混合ガスを使用してガラス基板上の汚染物質を除去する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】ガラス基板にアルゴン酸素混合ガスの圧力を0.4から2.7Paの範囲で電子ビーム励起型プラズマ装置によるプラズマ照射後、薄膜磁気記録媒体を連続して形成する磁気記録媒体の製造方法。

【請求項2】前記のアルゴン酸素混合ガスは酸素濃度が10から70容積百分比であることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項3】前記の薄膜磁気記録媒体は、ガラス基板にプリコート膜、下地膜、磁性膜、保護膜を連続成膜して成ることを特徴とする請求項1乃至2のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項4】ガラス基板に対し、アルゴン酸素混合ガスの圧力を0.4から2.7Paの範囲で電子ビーム励起型プラズマ装置によるプラズマ照射をするガラス基板清浄化方法。

【請求項5】前記のアルゴン酸素混合ガスの酸素濃度は10から70容積百分比であることを特徴とする請求項4に記載のガラス基板清浄化方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ワークステーション、パーソナルコンピューターの外部記憶装置として用いられる磁気ディスク装置に用いられる磁気記録媒体、特にガラス基板を用いた薄膜磁気ディスクにおいて、基板起因の欠陥を低減させる製造法に関する。

【0002】さらに、広くは、積層薄膜用ガラス基板の表面清浄化方法に関する。

## 【0003】

【従来の技術】現在、磁気ディスク装置の記録媒体として広く用いられているのは、薄膜磁気記録媒体、すなわち積層磁性薄膜を用いた磁気ディスク（以下、「ディスク」とする）である。そのディスクの一般的な構造は非磁性の基板上に積層磁性薄膜、例えば、プリコート膜、下地膜、磁性膜及び保護膜を設け、その上に潤滑膜を付着させたものである。

【0004】磁気ディスク装置の性能向上においては、より大量の情報をより安定に保存するために高記録密度化及び高信頼性化が重要課題となっている。高記録密度化を達成するために、高い保磁力を有すると共に低ノイズの磁性膜からなるディスクを用い、これに対応できる磁気ヘッド（以下、「ヘッド」とする。）の記録特性の向上を図り、さらに、ディスクとヘッド間のスペースを小さくする方法が採用されている。

【0005】ディスクとヘッドのスペースを小さくすることにより、ディスクとヘッドが接触する可能性が高くなる。そのために基板上に粒子異物や有機薄膜のような汚染が存在した場合、その上に積層したプリコート膜と基板の密着力が汚染のために低下し、ヘッドとディスク表面の接触によってプリコート膜と基板の界面で剥離す

る可能性が増加する。

【0006】したがって、高記録密度化とあわせてディスクの高信頼性を確保するためには、プリコート膜と基板との密着性を向上させることが重要であり、そのために、粒子異物や有機薄膜のような阻害要因を基板上から除去する必要がある。

【0007】現在、基板の材質の主流は、アルミニウムにニッケルーリングをメッキしたものであるが、高記録密度化対応として表面を強化したガラス基板を使用したディスクも増加の傾向にある。

【0008】表面強化処理をしたガラス基板を用いて製造したディスクの一般的な断面図を図2に示す。普通、ディスクはガラス基板1を中心に積層膜が配置されているが、この図には片面のみを記載した。

【0009】このディスクの製造工程は下記の通りである。まず、洗浄したガラス基板1に、スパッタ法によりコバルトクロム合金のプリコート膜2、クロム合金の下地膜3、磁性膜4、保護膜5を成膜し、潤滑剤を塗布して潤滑膜6を形成する。

【0010】このようにしてディスクが製造された後、ディスクのヘッド浮上量及びエラー数検査（以下、「工程内最終検査」という）に合格したディスクが磁気ディスク装置に組み込まれる。

【0011】ディスク組み込み後に行われる磁気ディスク装置検査の一つにランダムシーク試験がある。この試験はディスクを回転させヘッドが浮上した状態でヘッドのランダムシークを長時間実施し、リードライトエラー発生の有無を検査するものである。この検査を100時間程度行うと、ディスクの工程内最終検査で検出できなかつたエラー部が検出されるという不良が発生することがある。

【0012】かかる不良が発生したディスクについてそのエラー部を観察すると、積層磁性薄膜が全層欠落して基板が露出しているものや、膜は全層残っているが、全体として膜が崩れているものが確認された。この崩れている部分を針先で擦るとガラス基板が露出する。このことから、膜剥がれは、ガラス基板とプリコート膜との界面で発生していることが確認された。

【0013】この膜剥がれは、大きさは直径約5~50μmと小さく、その膜剥がれ部にはヘッドが摺動した痕跡がある。また、その発生はディスク面で1ヶ所程度の頻度であり、ディスク面全体に及ぶことはない。したがって、この膜剥がれは、面全体での密着性不良では無く、局所的な密着不良部（以下、「後発膜剥がれ部」とする。）があり、その部分をヘッドが摺動したことで発生するというものである。

【0014】かかる後発膜剥がれ部について観察及び分析した結果を以下に述べる。この場合、摺動前の膜は積層磁性薄膜が全層残存していた例である。基板は日本板硝子ジー・ディー株式会社製ソーダライム系ガラス基板

(型式H1)を使用し、膜構成及び膜厚はガラス基板側からプリコート膜(CoCrZr合金)22nm、下地膜(CrTi合金)25nm、磁性膜(CoCrPt合金)19nm、カーボン保護膜12nmの順に積層されている。

【0015】後発膜剥がれ部の評価は、剥がれること無しに膜が膨れ上がっている部分をアルゴン(Ar)でドライエッティングをかけ、プリコート膜がわずかに残存したに残存する状態にしたものとサンプルとしてオージェ分光法分析(以下、「オージェ」とする。)により行った。このサンプルはプリコート膜から炭素保護膜まで完全に残存していたものなので、剥がれた界面へのヘッド等からの汚染が無く、さらに深さ数nm程度の極表層の微量元素分析が可能なオージェを使用することにより、原因となる物質の分析ができる。

【0016】図3にオージェによる測定結果を示す。オージェ装置は、アルバックファイ株式会社製DKI-670を使用した。膜剥がれの無かった部分に比べ、膜の剥がれた部分はF(フッ素)とC(炭素)が多く見られ、フッ素系の有機物が存在することが分かった。

【0017】この観察及び分析から、このような後発膜剥がれの発生メカニズムは、次のように推定される。極微量のフッ素系の有機物がガラス基板に付着し、その上にプリコート膜が成膜され密着性不良部が形成される。その時の有機物の厚さは、ディスクの工程内最終検査で検出できなかったことから、15nm以下と推定される。その後、磁気ディスク装置で密着性不良部をヘッドが長い時間摺動することにより、後発膜剥がれとなる。

【0018】後発膜剥はがれが、プリコート膜とガラス基板の界面で発生したことから、発生要因は成膜までの製造工程内で発生していると結論できる。ディスクの製造法の一例を図4に示す。ガラス基板は洗浄及び乾燥後、真空排気室(以下、「ロード室」という)に入り、真空排気後、連続してガラス基板上にプリコート膜、下地膜、磁性膜、保護膜の順で成膜後、大気開放室(以下、「アンロード室」という)に入り、大気開放後、次工程へ搬送される。

【0019】ロード室は、大気開放、真空排気を繰り返し生産を続ける。この大気開放の際には、微粒子を除去した窒素ガスが導入される。このロード室を調査したところ、フッ素系のオイルが窒素ガスと一緒にオイルミストとなり、ロード室及びロード室に搬送するコンベア附近に舞い、このオイルミストがガラス基板に付着する

(以下、「表面有機汚染」という。)と推定された。このフッ素系オイルは成膜装置稼動部の潤滑剤として不可欠とされているものである。

【0020】通常スパッタ法による成膜の際には、プリコート膜成膜の直前の真空中に基板を加熱することによって、表面有機汚染を除去し、基板とプリコート膜の密着性低減を防ぐ方法がとられている。しかし、基板の材

質がガラスの場合、基板を加熱すると、ガラス成分のアルカリ金属が表面に移動しアルカリ金属の表面濃度が高くなるために、プリコート膜と基板との密着性が低下することが、J. Vac. Sci. Technol. A, 第4巻第3号, 532~535頁(May/June, 1986年5/6月発行)に報告されている。この理由により真空装置内での加熱によるガラス基板の表面有機汚染除去は困難であった。

【0021】このような表面有機汚染をスパッタによる成膜直前の真空中で効率よく除去する方法にドライエッティングの技法がある。ドライエッティングの技法として、DC放電、RF放電、ECR放電や電子ビーム等によってプラズマを発生させ、このプラズマからイオンを電界の作用で引き出し、このイオンを試料に照射させ、試料表面の表面有機汚染を除去する事が一般的に知られている。このイオンを試料に照射させる制御方法として、試料にバイアスをかける方法が一般的である。

【0022】しかし、ガラスは不導体のため、バイアスでイオン照射量を制御することは困難であった。また、RF放電では、プラズマ密度の制御性が悪かった。このような不導体のガラスにおいてもイオン照射量の制御可能な方法として、例えば特開昭61-290629号公報や特開昭63-190229号公報に記載の電子ビーム励起型プラズマ装置(以下、「EBEP」とする。)が提案されている。

【0023】この方法は、プラズマと試料境界に形成されるイオンシースの電位差を制御し、このことから不導体であるガラスにおいてもイオン照射量の制御を可能としている。上記特開昭61-290629号公報で紹介されているEBEPのプラズマの特徴として、円筒状にプラズマが形成されるため、中心部ほどプラズマの密度が高くなっている径方向に密度分布がある。このことは、ドライエッティングの制御を行うには支障がある。

【0024】この問題を解決する方法として、例えば、真空 第36巻第3号、62~64頁(1993年発行)に記載の電極多孔部分の面積を大きくする方法や特開平6-28991号公報に記載の磁気シャッターを用いる方法が提案されている。

【0025】しかし、電極多孔部分の面積を大きくすると装置が大きくなり量産装置への搭載が困難になると、また、磁気シャッターを使用するとその部分からのスパッタリング等のコンタミネーションが予想されるなどの問題点があった。

【0026】また、成膜装置におけるディスクの生産は、生産性確保のためチャンバー間の搬送も含め10秒以下のサイクルで行われ、さらにこの時間の短縮が望まれている。この時間のうち実際にプロセスに使用できる時間は5秒以下である。この時間内にプロセスに使用するガスの吸排気により1Paから $10^{-4}$ Pa程度の圧力変動を繰り返す。ディスク基板の表面有機汚染除去に

は、このような圧力変化の大きいところで短時間に処理しなければならぬという問題もある。

【0027】EBEPは、0.026~1.33Paの酸素及びアルゴンの圧力では、圧力増加とともにプラズマ密度が単調に増加するが、それ以上のガス圧では減少することが、真空 第36巻第3号、62~64頁(1993年発行)に報告されている。一般的にプラズマ密度とエッチャングレートには相関があり、上記報告はガス圧力の変動と共に、このプラズマを用いたエッチャングレートも変動することを示唆している。

【0028】しかしながら、ディスクの生産のように瞬時に吸排気を繰り返し使用する真空装置において生産するディスクの品質確保、向上のためには、ガス圧力が変動してもドライエッチャングによるエッチャングレートの変動が少ないプロセスを確立することが重要な問題となっている。

#### 【0029】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、ガラス基板を用いた薄膜磁気ディスクの製造において問題となっているガラス基板上の有機汚染物質を、成膜装置内に磁気シャッターの設置や電極多孔部分の面積拡大など付随的問題を含む対策を導入することなく、短時間のサイクルで効率よく除去するディスク製造方法を提供する目的としている。

#### 【0030】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記目的達成のため、ディスク生産において成膜装置内で発生する表面有機汚染物質の原因を究明し、その結果に基づいて、当該汚染物質を効果的に、清浄雰囲気のもとで除去可能な方法を見出した。

【0031】すなわち、ドライエッチャングによる除去手段としてEBEPを用い、ガス圧力が変動しても、有機汚染物質に対するエッチャングレートが一定の効果をもたらす混合ガス材料およびその組成、さらには、ガス圧力条件等を明らかにし、これを適用した。

【0032】EBEPにおけるエッチャングガスとしてはアルゴン酸素混合ガスを用い、そのガス圧力を0.4から2.7Paの範囲とすることにより、エッチャングレートを安定化させた。さらにアルゴン酸素混合ガスの酸素濃度を10から70容積百分比に制御することにより、短時間で安定して除去を行うことができ、格別の効果を得られるところを見出した。

#### 【0033】

【発明の実施の形態】<実施例1>EBEPによるドライエッチャングの加工量及び面内分布を評価した。EBEPとして、ニチメン電子工研株式会社製(型式:EBEP Type II)を使用した。EBEP及び真空装置の概略を図5に示す。真空装置として新明和株式会社製(型式:VVC130S以下、「試作機真空装置」とする。)を使用した。ドライエッチャングの加工量評価用

サンプルとして、有機物除去の確認を確実に行うため、ディスク上の炭素保護膜を利用した。構成は、65mm基板には日本板硝子ジー・ディー株式会社製ソーダライム系ガラス基板(型式H1)を使用し、膜構成及び膜厚はガラス基板側からプリコート膜(CoCrZr合金)22nm、下地膜(CrTi合金)25nm、磁性膜(CoCrPt合金)19nmを積層させた後、最上層として加工量を評価する炭素保護膜26nmを積層(以下、このサンプルを「エッチャングサンプル」とする。)した。

【0034】炭素保護膜の加工量評価は、フォトデバイス社製(型式:MARY102)のエリップソメーターで行った。測定ポイントは、半径21mmの位置とした。加速電源17の電圧は50V、カソード電源の電流は5Aとした。

【0035】エッチャング量に影響を与える要因の一つに、真空装置の排気特性がある。この影響を調べるために、ガス流量一定でコンダクタンス調整ゲート18の開口度を変化させプロセスチャンバー12の圧力を調整後、炭素保護膜を放電によってエッチャング加工した場合、及び、コンダクタンス調整ゲート18の開口度を一定にしガス量を変化させプロセスチャンバー12の圧力を調整後、炭素保護膜を放電によってエッチャング加工した場合について調査をおこなった。

【0036】図1にガス流量一定(15cm<sup>3</sup>(Norma1)/min)のもとでコンダクタンス調整ゲート18の開口度を変化させた場合のチャンバー内圧力と炭素保護膜のエッチャングレートの関係を示す。プロセスガスとして、酸素、アルゴン(Ar)混合ガスを使用した。そのガスの酸素の体積割合は0から70容積百分比である。

【0037】この場合、酸素濃度10から70容積百分比において、炭素保護膜のエッチャングレートは圧力が0.4Paまでは単調に増加し、0.4から2.7Paでは、圧力に依存せずほぼ一定であり、それ以上の圧力では減少する。

【0038】図6にコンダクタンス調整ゲート18の開口度を固定し、ガス流量(0~100cm<sup>3</sup>(Norma1)/min)を変化させた場合のチャンバー内圧力と炭素保護膜のエッチャングレートの関係を示す。プロセスガスとして、酸素、アルゴン(Ar)混合ガスを使用した。そのガスの酸素の体積割合は0から70容積百分比である。

【0039】この場合も酸素濃度10から70容積百分比において、図1の結果同様に炭素保護膜のエッチャングレートは圧力が0.4Paまでは単調に増加し、0.4から2.7Paではほぼ一定であり、圧力に依存せず、それ以上の圧力では減少する。

【0040】図1及び図6の結果は、圧力が0.4から2.7Pa範囲では排気コンダクタンスの影響が殆どな

く無く、炭素保護膜のエッティングレートはほぼ一定であることを示す。

【0041】次いで、この範囲内の圧力(1.0Pa)、これより低い圧力(0.1Pa)及び高い圧力(4.0Pa)における炭素保護膜のエッティングレート分布を測定した。測定範囲は、半径15から30mmを3mmピッチで測定した。これを90°毎に繰り返した。酸素濃度は、70容積百分比、カソード電源16の電流値5A、加速電源17の電圧値50Vとした。

【0042】図7に0.1Pa、1.0Pa、4.0Paのそれぞれの圧力におけるエッティングレートの比較を、図8に角度位置0°、半径位置21mmのエッティングレートを1とした時の相対値を比較した結果を示す。

【0043】0.1Paでは、エッティングレートは1.5nm/秒程度、1.0Paでは7.5nm/秒程度、4.0Paでは、3.0nm/秒程度であった。

【0044】エッティングレートの面内分布は、0.1Paでは、角度位置0°、半径21mmに比べ面内で-25%から+30%程度のエッティングレートの分布が生じるが、1.0Paでは-2から+2%程度、4.0Paでは、-6から+3%程度の分布であった。

【0045】これらの結果は混合ガス圧力が1.0Paの場合、エッティングレートが大きく、かつ、面内分布が安定していることを示している。

【0046】<実施例2>真空スパッタ装置を大規模化した場合でも実施例1で得たエッティングレート分布の安定性が再現するかどうかをしらべるためにディスクの量産に使用する真空スパッタ装置におけるエッティングレート分布の評価を行った。

【0047】プラズマ装置として、E B E P Type IIを使用した。真空スパッタ装置としてintevac社製(型式:250B以下、「量産機真空装置」)を使用した。プロセス条件は放電中の真空度1.0Pa(酸素濃度70容積百分比、アルゴン濃度30容積百分比)、搬送中(搬送時間2.2秒)の真空約 $10^{-4}$ Paで、放電時間2秒、カソード電源16の電圧50V、加速電源17の電圧5Aとした。プロセスは9.0秒サイクルで繰り返し実施される。

【0048】図9に量産真空装置の概略図を示す。十二あるステーションの第1ステーション20にE B E Pを搭載し、他のステーションではスパッタによる成膜は行わなかった。ここにエッティングサンプルを投入し、エッティングレートの分布を評価した。

【0049】図10にエッティングレートを、図11に角度位置0°、半径位置21mmのエッティングレートを1とした時の相対値を示す。これらの結果は量産機真空装置にE B E Pを搭載した場合でも、試作機真空装置にE B E Pを搭載したときとほぼ同様に良好なエッティングレート及び安定した面内分布が得られたことを示している。

【0050】<実施例3>ディスク最終検査工程で検出

が困難であるガラス基板上15nm厚程度のフッ素系の有機物をE B E Pで除去可能か否かを評価した。プラズマ装置として、E B E P TYPE IIを使用し、真空装置として試作機真空装置を使用した。

【0051】フッ素系のオイルはZ-DOL(アウジモンド社製)を使用した。このオイルは、ディスクの有機汚染の原因物質として先に同定した成膜装置可動部の潤滑剤として用いられているフッ素オイルと類似のフッ素系化合物である。

【0052】このフッ素系オイルをディスクの炭素保護膜上に塗布して、その膜厚を15nmに調整した。このフッ素系オイルの膜厚の測定はニューリーインスツルメンツ株式会社製FT-IR(型式:60Mi)を使用した。880と1380cm<sup>-1</sup>の2点のスペクトル位置を直線で結びこれをバックグラウンドとして吸光強度から検量線を作成し、処理前後のフッ素系オイルの膜厚から除去量を評価した。

【0053】評価サンプル作製を行った時のE B E Pプロセスの条件は、放電中のプロセスチャンバー12の真空度1Pa、プロセスチャンバー12での放電時間2秒である。ガス濃度の調整は、アルゴンガスに酸素ガスを添加しておこなった。

【0054】図12に、酸素濃度を変化させたときのカソード電源16の電流値とフッ素系オイルの残量を示す。加速電源17の電圧値は50Vとした。この結果はどの酸素濃度においてもカソード電源16の電流値2A以上で、厚さ15nmのフッ素系オイルの除去は可能であることを示す。

【0055】図13に、酸素濃度を変化させたときの加速電源17の加速電圧値とフッ素系オイルの除去量を示す。カソード電源16の電流値は5Aとした。この結果はどの酸素濃度においても加速電源17の電圧値20V以上で、厚さ15nmのフッ素系オイルの除去は可能であることを示す。

【0056】これらの結果は、本発明がガラス基板の清浄化方法としても、極めて有効であることを示している。

【0057】<実施例4>量産機真空装置にE B E Pを搭載し、ガラス基板にE B E Pプロセス処理を行って製造したディスクと、このプロセス処理を行わないで製造したディスクについて後発膜剥がれ不良の発生頻度の違いを調査した。

【0058】E B E Pプロセスを行った場合は、まず、量産真空装置の第1ステーション20にE B E Pを搭載し、他のステーションには成膜装置を搭載した。その際の膜構成及び各膜厚は、日本板硝子ジー・ディー株式会社製ソーダライム系ガラス基板(型式H1)上に、プリコート膜(CoCrZr合金)22nm、下地膜(CrTi合金)25nm、磁性膜(CoCrPt合金)19nm、炭素保護膜12nmとした。E B E Pのプロセス

条件は、放電中の真空度1 Pa（酸素濃度70容積百分比、アルゴン濃度30容積百分比）、搬送中（搬送時間2.2秒）の真空約 $10^{-4}$  Paで、放電時間2秒、カソード電源1.6の電圧50V、加速電源1.7の電圧5Aでプロセスサイクルは9.0秒である。この条件で作成したディスクを磁気ディスク装置に各10000台（ディスク数は3枚/台）組み込み、ヘッドをランダムに100時間シーケを行った。EBEPプロセスを行わないで製造したディスクについても同様のランダムシーケ試験を行った。

【0059】上記の試験によりEBEPプロセスを行ったディスクを組み込んだディスク装置と行わなかったディスクを組み込んだディスク装置の後発膜剥がれ不良の発生比較した。EBEPを行わなかった場合は、この不良は10,000台中97台で発生したが、EBEPを行った場合は、10,000台中6台で発生という結果となつた。この結果はEBEPプロセスの導入により後発膜剥がれ不良発生率を大幅に低減できることを示した。

【0060】以上により、本発明は、ガラス基板を用いた薄膜磁気記録媒体、すなわちガラス基板を用いた薄膜磁気ディスクの製造において問題となっているガラス基板状の有機汚染物質を付随的問題を伴うことなく、短時間のサイクルで効率よく除去するディスク製造方法として極めて有効であることを示している。

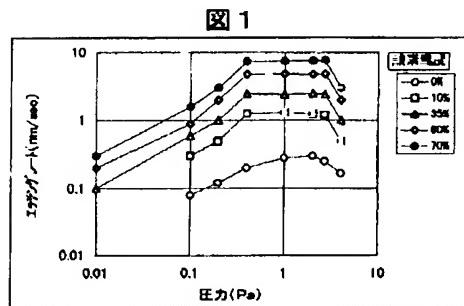
#### 【0061】

【発明の効果】以上述べたように、本発明は上記のEBEPプロセスをディスク製造プロセスに導入することにより、磁気ディスク装置で発生する後発膜剥がれ不良を90%以上低減する効果がある。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】ガス量一定でのプロセスチャンバー圧力と炭素保護膜エッティングレートの関係を示す図である。

【図1】



【図2】磁気ディスク断面図である。

【図3】後発膜剥がれ部及び正常部のオージェ観察結果を示す。

【図4】磁気ディスクの洗浄から成膜までのプロセスフローである。

【図5】EBEP装置概略図である。

【図6】ガス排気コンダクタンス一定でのプロセスチャンバー圧力と炭素保護膜エッティングレートの関係を示す。

【図7】0.1、1.0、4.0 Paでの半径位置とエッティングレートとの関係を示す。

【図8】0.1、1.0、4.0 Paでの半径位置とエッティングレート分布との関係を示す。

【図9】量産機真空装置概略図である。

【図10】量産機真空装置での半径位置とエッティングレートとの関係を示す。

【図11】量産機真空装置での半径位置とエッティングレート分布との関係を示す。

【図12】カソード電流値とフッ素系オイル残量の関係を示す。

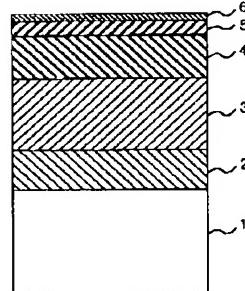
【図13】加速電圧値とフッ素系オイル残量の関係を示す。

#### 【符号の説明】

1 ガラス基板、2 プリコート膜、3 下地膜、4 磁性膜、5 保護膜、6 潤滑膜、7 プラズマ生成用陰極、8 ソースプラズマ用アルゴンガス導入口、9 S1電極、10 S2電極、11 A電極、12 プロセスチャンバー、13 プロセスガス導入口、14 ディスク、15 真空排気口、16 カソード電源、17 加速電源、18 コンダクタンス調整ゲート、19 ロード室、20 第1ステーション、21 量産真空装置本体、22 アンロード室。

【図2】

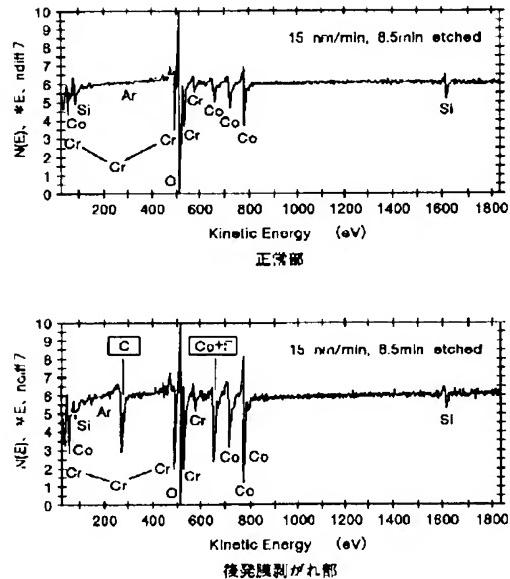
図 2



1…ガラス基板 2…プリコート膜 3…下地膜  
4…磁性膜 5…保護膜 6…潤滑膜

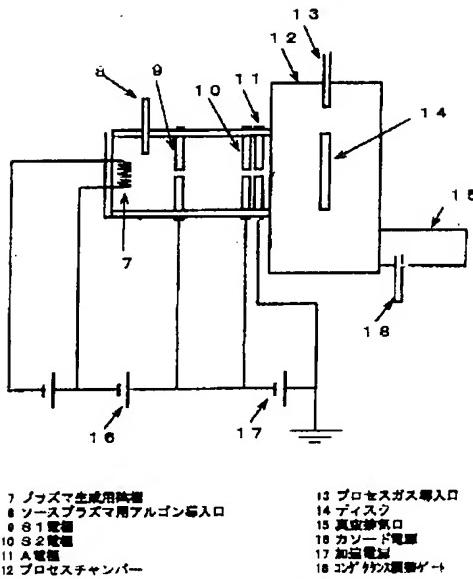
【図3】

図3



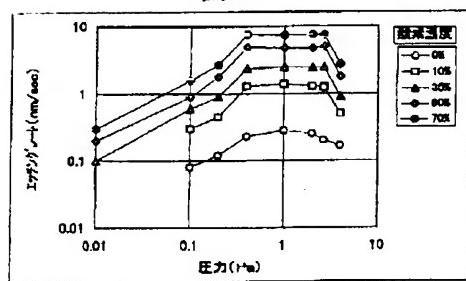
【図5】

図5



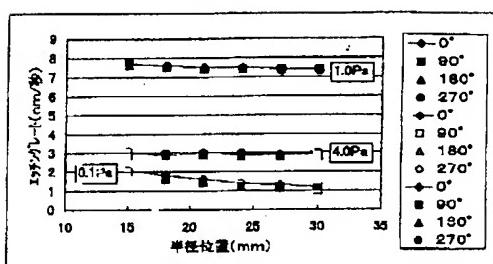
【図6】

図6



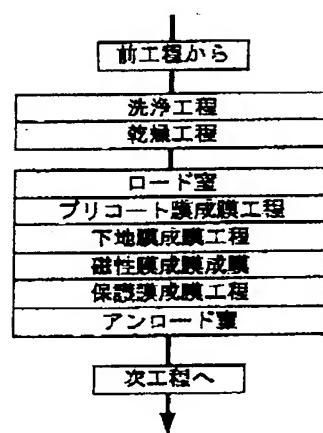
【図7】

図7



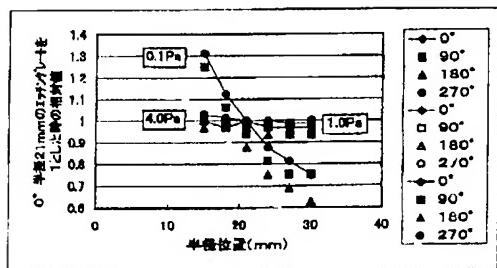
【図4】

図4



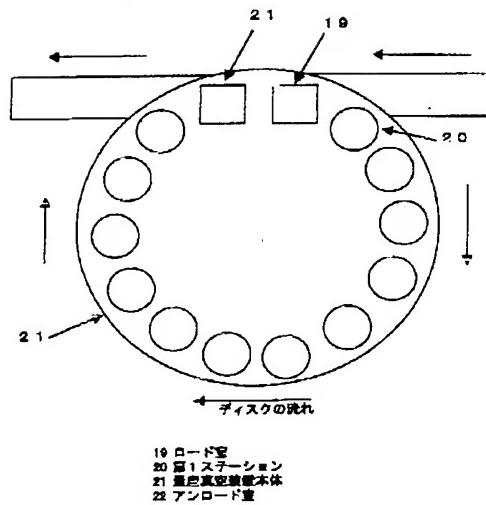
【図8】

図8



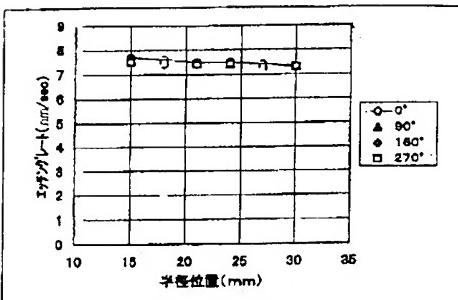
【図9】

図9



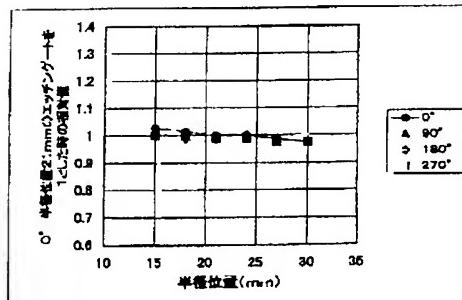
【図10】

図10



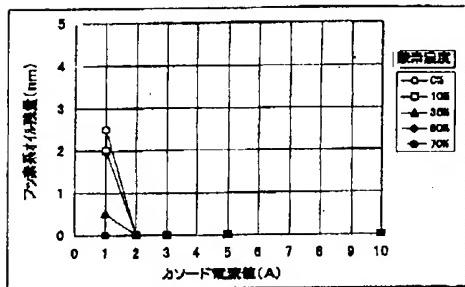
【図11】

図11



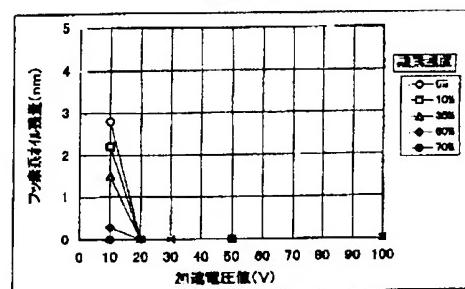
【図12】

図12



【図13】

図13



フロントページの続き

(72)発明者 屋久 四男

神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会  
社日立製作所ストレージシステム事業部内

Fターム(参考) 4K029 AA09 BD11 FA04 FA05

5D112 AA02 AA24 BA03 GA22